## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

08-109287

(43)Date of publication of application: 30.04.1996

(51)Int.Cl.

CO8L 23/02 C08K 3/22 C08K 5/17 C08K 5/521

(21)Application number: 06-243728

(71)Applicant:

**TOKUYAMA CORP** 

(22)Date of filing:

07.10.1994

(72)Inventor:

HASHIZUME KATSUSHI

### (54) FLAME-RETARDANT RESIN COMPOSITION

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain a resin composition combining flame retardancy and high light resistance. CONSTITUTION: The composition comprises 100 pts.wt. polyolefin, 1-50 pts.wt. tris(bromoneopentyl) phosphate, e.g. tris (tribromoneopentyl) phosphate, 0.05-20 pts.wt. antimony trioxide, and 0.01-5 pts.wt. N-methyl-substituted hindered amine compound, e.g. LA-52 (trade name), manufactured by Asahi Denka Kogyo K.K., or Chimassorb 119 (trade name), manufactured by Ciba-Geigy Japan Ltd.

#### **LEGAL STATUS**

[Date of request for examination]

26.06.1997

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

2905703

[Date of registration]

26.03.1999

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of

rejection]

[Date of extinction of right]

(19)日本国特許庁(JP)

## (12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

# 特開平8-109287

(43)公開日 平成8年(1996)4月30日

(51) Int.Cl. <sup>8</sup>		識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C08L	23/02	KFM			
C08K	3/22	KEC			
	5/17	KEV			
	5/521				

審査請求 未請求 請求項の数1 OL (全 8 頁)

(21)出願番号	特願平6-243728	(71)出願人	000003182 株式会社トクヤマ
(22)出顧日	平成6年(1994)10月7日	(72) 육明者	山口県徳山市御影町1番1号 橋爪 克至
		(10))11974	山口県徳山市御影町1番1号 株式会社ト クヤマ内

### (54) 【発明の名称】 難燃性樹脂組成物

## (57)【要約】

【目的】難燃性および高度の耐光性を併せ有する樹脂組成物を提供する。

【構成】(A) ポリオレフィン 100重量部、(B) トリス(臭素化ネオペンチル)ホスフェート、例えば、トリス(トリブロモネオペンチル)ホスフェート 1~50重量部、(C)三酸化アンチモン 0.05~20重量部、および(D)Nーメチル置換ヒンダードアミン化合物、例えば、旭電化工業製、LA-52(商品名)や日本チバガイギー製、キマソーブ119(商品名)0.01~5重量部を含有する難燃性樹脂組成物。

【特許請求の範囲】

【請求項1】(A)ポリオレフィン 100重量部、(B)トリス(臭素化ネオペンチル)ホスフェート 1~50重量部、(C)三酸化アンチモン 0.05~20重量部、および(D)Nーメチル置換ヒンダードアミン化合物 0.01~5重量部を含有することを特徴とする難燃性樹脂組成物。

### 【発明の詳細な説明】

[0001]

【産業上の利用分野】本発明は、難燃性と高度な耐光性 10 を併せ有する樹脂組成物に関する。

[0002]

【従来の技術】ポリオレフィンは着火しやすい、燃えやすいという欠点を有するため、種々の難燃化が施されている。特に電気製品、建材等に使用されているポリオレフィンには、ますます高度の難燃化が要求される傾向にある。この為、種々の難燃剤を配合し、難燃化をはかっている。難燃剤には有機系と無機系のものがあり、特にポリオレフィンについては、デカブロモジフェニルオキシド、臭素化ビスフェノールS誘導体及び臭素化ビスフェノールA誘導体に代表されるハロゲン含有の有機系難燃剤を使用する場合が多い。

【0003】一方、太陽や蛍光灯・水銀灯にさらされる 部位に使用する用途では、耐光性が必要となる。そのた め、ポリオレフィンに種々の耐光剤を配合して耐光性を 向上させている。

[0004]

【発明が解決しようとする課題】上記したように、ポリオレフィンに耐光性を付与する場合、ベンゾエート系、サリチレート系、トリアゾール系など紫外線吸収剤を配 30合するのが一般的である。しかし、難燃剤を配合してポリオレフィンに難燃性を付与した場合、さらに耐光剤を配合しても、耐光性の向上は難燃剤を配合していない系に比べて極く僅かであり、耐光剤の配合量を多くしても耐光性の大きな向上は望めない。

【0005】すでに本発明者はポリオレフィンにトリス(臭素化ネオペンチル)ホスフェート、三酸化アンチモン、およびビス(2,2,6,6ーテトラメチルー4ーピペリジル)セバケート、ビス(1,2,2,6,6ーペンタメチルー4ーピペリジル)セバケート、コハク酸 40ジメチルー1ー(2ーヒドロキシエチル)ー4ーヒドロキシー2,2,6,6ーテトラメチルピペリジン重縮合物、ポリ[{6-(1,1,3,3-テトラメチルブチル)イミノー1,3,5ージイル}{(2,2,6,6,6ーテトラメチルー4ーピペリジル)イミノ}]など、窒素原子が置換されていないNー水素型ヒンダードアミン化合物に代表される耐光剤を配合することにより、難燃性および耐光性を併せ有する樹脂組成物を提案している(特開平6-136188号公報)。

【0006】しかし、このN-水素型ヒンダードアミン 50 チモンの配合量が下限値より少ない場合は充分な難燃性

【0007】したがって、ポリオレフィンを難燃化した 樹脂組成物において、難燃性を維持しつつ、さらに高度 な耐光性を付与する事が課題となっている。

[0008]

【課題を解決するための手段】本発明者は上記した課題に鑑み鋭意研究した結果、ポリオレフィンにトリス(臭素化ネオペンチル)ホスフェート、三酸化アンチモン、Nーメチル置換ヒンダードアミン化合物を配合することにより、難燃性と高度な耐光性を併せ有する樹脂組成物が得られることを見い出し、本発明を完成するに至ったものである。

【0009】即ち、本発明は、(A)ポリオレフィン100重量部、(B)トリス(臭素化ネオペンチル)ホスフェート 1~50重量部、(C)三酸化アンチモン0.05~20重量部、および(D)Nーメチル置換ヒンダードアミン化合物 0.01~5重量部を含有することを特徴とする難燃性樹脂組成物である。

【0010】本発明に用いられるポリオレフィンとしては、エチレン、プロピレン、ブテンー1、ペンテンー1、4ーメチルペンテンー1、ヘキセンー1などの $\alpha$ ーオレフィンの単独重合体、上記の $\alpha$ ーオレフィン同士のランダム、ブロックおよびグラフト共重合体、またはこれらの単独重合体または共重合体の混合物等をあげることができる。上記の共重合体には、共重合体の性質を損なわない範囲で、例えば、20モル%以下で $\alpha$ ーオレフィン以外のモノマー、例えば、無水マレイン酸や酢酸ビニルが共重合成分として含まれていてもよい。

【0011】本発明で用いられるトリス(臭素化ネオペンチル)ホスフェートとしては、公知の化合物が制限なく使用出来る。たとえば、例を挙げると、トリス(トリブロモネオペンチル)ホスフェート、トリス(モノブロモネオペンチル)ホスフェート、トリス(モノブロモネオペンチル)ホスフェートなどの単独あるいはそれら混合物である。トリス(臭素化ネオペンチル)ホスフェートの配合量は、ポリオレフィン100重量部に対し、0.1~50重量部でなければならず、好ましくは0.3~30重量部である。トリス(臭素化ネオペンチル)ホスフェートの配合量が下限値より少ない場合は充分な難燃性が得られず、また上限値より多い場合は耐光性、耐衝撃性の低下、比重の増加などがあるだけではなく、安定的混練作業が困難となり、好ましくない。

【0012】本発明で用いられる三酸化アンチモンは、一般に入手可能なものであれば特に制限なく使用できる。三酸化アンチモンの配合量は、ポリオレフィン100重量部に対し、0.05~20重量部でなけらばならず、好ましくは0.1~15重量部である。三酸化アンチモンの配合量が下限値より少ない場合は充分な難燃性

が得られず、また上限値より多い場合はそれ以上の難燃 性の向上が見られぬうえに、比重の増加や耐衝撃性の低

下があり好ましくない。

【0013】本発明で用いられるN-メチル置換ヒンダードアミン化合物は、ヒンダードアミン化合物中に含まれる窒素原子に結合した水素原子がメチル基で置換され\*

\*でいる公知の化合物を何ら制限なく使用できる。特に下記式で示される化合物が、難燃剤との併用による耐光性阻害が小さいために好適である。

(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>

[0015] [ $\ell$ 2] NHR<sup>1</sup> (CH<sub>2</sub>) 3-NR<sup>2</sup>- (CH<sub>2</sub>) 3-NR<sup>3</sup>- (CH<sub>2</sub>) 3-NHR<sup>4</sup>

ただし、R¹~R⁴は水素原子または下記Rで示される基であり、` 少なくとも一つはRで示される基である。 (CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub> CH2-C  $N-CH_3$ N-CHCH2-C N = C $(CH_3)_2$ R =(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub> CH2-C  $N-CH_3$ N - CHCH2-C C.H.

-3-

[0018] CH<sub>3</sub> OCH<sub>2</sub> CH<sub>2</sub>O CH<sub>3</sub>

R<sub>3</sub>X-CH<sub>2</sub>-C-CH C CH-C-CH<sub>2</sub>-XR<sub>3</sub>

CH<sub>3</sub> OCH<sub>2</sub> CH<sub>2</sub>O CH<sub>3</sub>

【0019】Nーメチル置換ヒンダードアミン化合物の配合量は、ポリオレフィン100重量部に対して、0.01~5重量部でなけらばならず、好ましくは0.03~3重量部である。Nーメチル置換ヒンダードアミン化合物の配合量が下限値より少ない場合は、充分な耐光性が発揮されない。また、上限値より多い場合は、それ以 40上の耐光性の向上が見られず、好ましくない。

【0020】本発明の難燃性樹脂組成物は、前記した成分のほかに、本発明の効果を損なわない範囲で、必要に応じて従来公知の安定剤、着色剤、帯電防止剤、滑剤、核剤、ブルーミング防止剤、充填材を添加してもよい。

【0021】本発明の難燃性樹脂組成物を調製する各成分の配合順序、混合方法などは特に限定されず、一般にタンプラー式ブレンダー、V型ブレンダー、ヘンシェルミキサー、リボンミキサー等を用いて常法により行われる。

[0022]

【発明の効果】本発明の難燃性樹脂組成物は、UL94 規格におけるV-2、V-1乃至V-0という難燃性を有し、同時に高度の耐光性を有するものである。

[0023]

【実施例】本発明をさらに具体的に説明するために、以下に実施例及び比較例を掲げるが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。なお、実施例及び比較例で示した記号は以下の通りである。

【0024】1. ポリオレフィン((株)トクヤマ製: 粉末状)

A:エチレンープロピレンブロックコポリマー(メルトフローレート 23g/10min、エチレン含有量 2.0wt%)

B:プロピレンホモポリマー (メルトフローレート 2 50 0g/l0min) 7

b-<del>d</del>n1

C:テトラプロモビスフェノールA-ビス(2,3-ジプロモプロピル)エーテル(帝人化成製、ファイヤーガード3100(商品名))

D: テトラブロモビスフェノール S ービス (2, 3 ージブロモプロピル) エーテル (丸菱油化工業製、ノンネン P R - 2 (商品名))

E:トリス(トリプロモネオペンチル)ホスフェート (大八化学工業所製、CR-900(商品名))

3. 難燃助剤

F:三酸化アンチモン(日本精鉱製、ATOX-F(商品名))

\* 4. 耐光剤

G: 2, 4-ジ-t-プチルフェニル-3, 5-ジ-t-ブチル-4-ヒドロキシベンゾエート(日本チバガイギー製、チヌビン120(商品名))

8

H:ポリ [{6-(1, 1, 3, 3-テトラメチルブチル) イミノ-1, 3, 5-ジイル} {(2, 2, 6, 6 -テトラメチル-4-ピペリジル) イミノ}] (日本チバガイギー製、キマソーブ944(商品名))

I:旭電化工業製、LA-52(商品名)

10 [0025]

【化6】

CH<sub>2</sub>COOR (CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>

CH<sub>2</sub>-C

CHCOOR

| R = -CH N-CH<sub>3</sub>

CHCOOR

| CH<sub>2</sub>-C

CH<sub>2</sub>-C

(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>

【0026】J:日本チバガイギー製、キマソーブ11 ※【0027】 9 (商品名) ※ 【化7】

 $NHR^{1}$  (CH<sub>2</sub>) <sub>3</sub>- $NR^{2}$ - (CH<sub>2</sub>) <sub>8</sub>- $NR^{3}$ - (CH<sub>2</sub>) <sub>3</sub>- $NHR^{4}$ 

ただし、 $R^1 \sim R^4$ は水素原子または下記Rで示される基であり、 少なくとも一つはRで示される基である。  $(CH_3)_2$  $C_4H_8$   $CH_2-C$ 

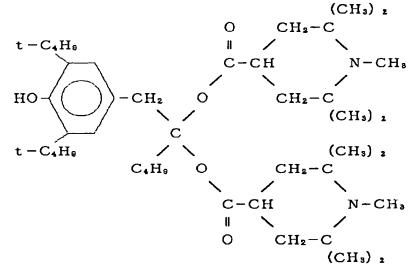
N-CH  $N-CH_{3}$  N=C  $CH_{2}-C$   $(CH_{3})_{2}$  N-C  $CH_{2}-C$  N-CH  $N-CH_{3}$   $C_{4}H_{9}$   $CH_{2}-C$   $(CH_{3})_{2}$ 

【0028】K:三共製、サノールLS-765 (商品

[0029] 【化8】

名)

【0030】L:日本チバガイギー製、チヌビン144 \*【0031】 (商品名) \*10 【化9】



【0034】実施例及び比較例

難燃性樹脂組成物の調製および試験方法は以下のように して行った。

【0035】(1)予備混合

ポリプロピレン100重量部に対して、表1の配合表の 50 (2,4-ジーtーブチルフェニル)ホスファイト(日

難燃剤、難燃助剤、耐光剤及びテトラキス [メチレンー3-(3,5-t-ブチルー4-ヒドロキシフェニル) プロピオネート] メタン (日本チバガイギー製、イルガノックス1010(商品名)):0.1%、トリス(2,4-ジーt-ブチルフェニル) ホスファイト (日

11

本チバガイギー製、イルガホス168(商品名)): 0.1%、ステアリン酸カルシウム(大日本インキ化学工業製):0.1%を配合し、ヘンシェルミキサーで予備混合した。

【0036】(2)ペレット化

上記混合物をベント付50mmφ押出機を用いてペレット化した。

【0037】(3)燃焼試験片および耐光試験用板の作成

上記ペレットから20z射出成形機でUL94規格に準 10 拠した垂直燃焼試験片(厚さ1/16インチ)および耐 光試験用として50mm×25mm×1mmtの板を作

成した。

【0038】(4)効果試験

(ア) 燃焼試験

UL94規格に準拠し、上記の方法で作成した試験片を 使用し、垂直燃焼試験により、燃焼性区分を判定した。

12

【0039】(イ)耐光試験

上記の方法で作成した耐光試験用板を使用し、120℃ の環境下で水銀灯暴露を行い、表面クラックが発生するまでの時間を測定した。

[0040]

【表1】

表 1

	ポリ	難燃剤	難燃助剤	耐光剤	試験結果	
	オレフィン (重量部)	(重量部)	(重量部)	(重量部)	難燃性	耐光性 (時間)
1 *	A:100	E: 15		1:0.5	нв	700
2 *	A:100	_	7	I:0.5	нв	700
3 *	A:100	E: 15	7	-	<b>v</b> – 0	5 0
4 *	A:100	E: 15	7	G: 0. 5	<b>v</b> – 0	100
5 *	A:100	E: 15	7	H: 0. 5	V - 0	150
6	A:100	E: 15	7	I:0.1	V – 0	400
7	A:100	E: 15	7	1:0.5	v – 0	800
. 8	A:100	E: 15	7	I:2.0	V – 0	1500
9	À:100	E: 15	7	J:0.5	V - 0	500
1 0	A:100	E: 15	7	K:0.5	V - 0	600
1 1	A:100	E: 15	7	L:0.5	<b>v</b> – 0	1 0.0 0
1 2	A:100	E: 15	7	M: 0. 5	V - 0	1400
1 3	A:100	E: 30	1 0	I:0.5	V - 0	700
1 4	B:100	E: 15	7	I:0.5	V - 0	800
15*	A:100	E:100	3 0	I:0.5	成形	不可
16*	A:100	C: 15	7	I:0.5	V - 0	150
17*	A:100	D: 15	7	I:0.5	<b>v</b> -0	100

(注) \* は比較例を示す。 難燃性は、UL94燃焼区分を表示 耐光性は表面クラック発生時間を表示